

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 55-149121

(43)Date of publication of application : 20.11.1980

---

(51)Int.Cl.

C01B 33/32  
// C02F 1/60

---

(21)Application number : 54-054534

(71)Applicant : KIMURA KAKOKI KK

(22)Date of filing : 02.05.1979

(72)Inventor : HARA HIDETOSHI  
YOKOTA NOBUKATSU  
YAMAGAMI MASATAKA

---

(54) TREATMENT OF REACTIVE DYE DYEING WASTE WATER CONTAINING SODIUM SILICATE

(57)Abstract:

PURPOSE: To recover silicic acid from dyeing waste water with high work performance and efficiency by pH-adjusting the waste water from the acidic side after which the resulting silica gel is dehydrated, crushed into fine granules, injected with water, freezed, remelted, dehydrated, and dissolved in alkali.

CONSTITUTION: Dyeing waste water contg. sodium silicate is adjusted to pH 5.5W 7.5 from the acidic side, and the resulting silica gel is dehydrated and coarsely crushed into fine granules, which are then freezed at a state where gaps among the granules are filled with water added. This frozen body is melted by heating, and coarsened silicic acid granules are dehydrated and washed. This silicic acid is dissolved in alkali, recovered as sodium silicate, and recycled. The filtration and dehydration rates are very high, and sodium silicate of high concn. and purity can be recovered in a yield of about 100%.

---

⑩ 日本国特許庁 (JP)  
⑫ 公開特許公報 (A)

⑪ 特許出願公開

昭55—149121

⑬ Int. Cl.<sup>8</sup>  
C 01 B 33/32  
H C 02 F 1/60

識別記号

庁内整理番号  
6765—4G  
6921—4D

⑭ 公開 昭和55年(1980)11月20日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑮ 珪酸ソーダを含む反応性染料染色廃水の処理  
方法

⑯ 特 願 昭54—54534

⑰ 出 願 昭54(1979)5月2日

⑱ 発 明 者 原英敏  
明石市別所町12番11号

⑲ 発 明 者 横田信克  
茨木市玉櫛1丁目13番226号

⑳ 発 明 者 山上雅敏  
東大阪市小若江1丁目23番12号

㉑ 出 願 人 木村化工機株式会社  
尼崎市杭瀬字上島1番地の1

㉒ 代 理 人 弁理士 小泉静夫

明 細 書

1 発明の名称

珪酸ソーダを含む反応性染料染色廃水の処理方法

2 特許請求の範囲

1. 珪酸ソーダを含む反応性染料の染色廃水を酸性調よりpH 6.5～7.5に調整し、生成した珪酸ゲルを脱水し、次いで重合して細粒とした後、珪酸粒化された珪酸ゲルに水を添加して細粒間の空隙を水で満たした状態で凍結し、再び融解、脱水、水洗した後、アルカリに溶解し珪酸ソーダとして回収、再使用することを特徴とする珪酸ソーダを含む反応性染料染色廃水の処理方法。

3 発明の詳細な説明

本発明は、反応性染料の染色廃水中に含まれる珪酸分を珪酸ソーダとして回収再使用する方法に関する。

一般に染色工場において、反応性染料による糸、布等の染色にあたり、この染料液そのものにおいて固定液として濃縮な珪酸ソーダ水溶液(8:1と

して約2.6wt%、Na<sub>2</sub>Oとして約1.8wt%を含む、いわゆる水ガラス)が使用されるが、この珪酸ソーダは殆んど消費されることなく、その大部分は洗浄工程において除去され染色廃水中に含まれ排出される。

このような染色廃水は、少量の染料、糊料、界面活性剤等の他、SiO<sub>2</sub>として1.5～2.5wt%を含むものである。そのpHは非常に高い。従つて、他の排水と混合して処理、廃棄する場合、排水のpHを異常に高くしたり、耐腐、排水管等にスケールとして沈積、閉塞する等、あるいは廃棄分、微生物処理等にあたり排水処理効果を著しく低下し、非常に有害である。

従来、このような染色排水の処理方法として、排水に酸を添加して中和し、生成したゲルをろ過することにより珪酸ゲルと液とを分離し、更に数回、水洗、脱水をくり返して共存する染料、糊料等を除去した後、苛性ソーダに溶解し珪酸ソーダとして回収、染料染色工場における固定液として循環再使用する方法が提案されている。

しかし乍ら、上記の方法を工業的に実施する場合、廃水に酸を添加して中和すると完全に中和点に達するまでにアルカリ側で反応体がゲル化、凝固し、中和作業が円滑に行はれない。又、生成したゲルの通過は容易ではなく、又、脱水率も極めて低い。すなわち、このようなゲルは吸引、あるいは圧力濾過は不可能で、性能のよい濾心脱水機を使用してもその脱水率は $\text{SiO}_2$ 含有量10wt%前後である。又、ゲル中に含まれる不純物を水で洗い出させることは容易ではない。従つて、水洗、脱水をくり返し共存する不純物を除去することは、この点においても工業的に実施にあたり相当な手間と努力を必要とする。更に、 $\text{SiO}_2$ 含有量10wt%前後の凝縮ゲルを苛性ソーダに溶解するための凝固剤とした濃縮ソーダの濃度は稀薄で、反応性原料の固定型として再使用するためには濃縮して多量の水を除去する必要がある、そのためには蒸発装置と多量のエネルギーを必要とする。同時に $\text{SiO}_2$ 分の凝縮に伴つて共存する不純分も数倍に濃縮されるため回収された濃縮ソーダ溶液中の不純物が

多く、循環再使用するとその不純物が最終に蓄積されるおそれがある。

本発明は、上記のような欠点を解決するものであつて、凝縮ソーダを含む反応性原料の染色廃水を苛性側より $\text{pH}$ 5.5~7.5に調整し、生成した凝縮ゲルを脱水し、次いで粗砕して細粒とした後、該細粒にされた凝縮ゲルに水を添加して細粒間の空隙を水で満たした状態で凍結し、再び融解、脱水、水洗した後、アルカリに溶解し濃縮ソーダとして回収、再使用することを旨とする凝縮ソーダを含む反応性原料染色廃水の処理方法である。

以下、本発明を詳述する。

本発明においては最初に、廃水を苛性側より $\text{pH}$ 5.5~7.5に中和して、反応分を凝縮ゲルに変換する。中和時の $\text{pH}$ が5.5より低いとゲル化に時間を要し実用的でなく、7.5をこえると、次で行う凍結、融解後の凝縮ゲルの粒子の径が小となり、脱水、水洗操作の効率が低下する。又、一般に凝縮ソーダを固定液とする反応性原料の染色廃水中には5wt%前後の $\text{SiO}_2$ が含まれるが、このよう

Figure

- 3 -

- 4 -

な高濃度の凝縮分を含む廃水に酸を加えて $\text{pH}$ 5.5~7.5まで中和すると、中和点に達する迄にアルカリ側で比較的長時間で反応体がゲル化するため工業的に実施する場合中和反応が円滑に行はれない。

第1図は廃水中に16wt%凝縮分を加え $\text{pH}$ 7.0とした場合の $\text{SiO}_2$ 濃度と凝縮ゲル化する時間との関係を例示する曲線で、曲線Aは濃度20で、曲線Bは濃度40における実験結果であつて、濃度および $\text{SiO}_2$ 濃度の上昇に伴つてゲル化時間が長くなることを示す。又、第2図は $\text{pH}$ と凝縮ゲル化する時間との関係を例示する曲線で、曲線C、Dはそれぞれ $\text{SiO}_2$ 含有量1.45wt%および2.0wt%の廃水に10wt%凝縮分を添加して酸の $\text{pH}$ を調整した場合の実験結果であつて、アルカリ側から中和すると $\text{pH}$ 8付近で短時間でゲル化が進行することを示す。これ等の結果から発明者等は、廃水を $\text{pH}$ 5.5~7.5に中和する場合、苛性側より中和すると目的の $\text{pH}$ に容易に調整することが出来る事を見出した。更に具体的にのべれば、例

へば廃水に過剰の凝縮分を添加し、酸を一段階性( $\text{pH}$ 、1~3)にした後、引續きこの酸に廃水を添加、中和すると目的の $\text{pH}$ (5.5~7.5)に容易に調整することができる。

次いで、本発明においては生成した凝縮ゲルを脱水した後、粗砕して細粒とし、この細粒にされた凝縮ゲルに水を添加して細粒間の空隙を水で満たした状態で凍結し、次にこれを加圧して融解し、脱水、水洗する。

一般に凝縮ゲルは、凍結した後、加圧して融解するとゲルは水分を分離して凝縮の凝粒状粒子が生成するが、凝縮ゲルを凍結させる前に脱水し、次にこれを粗砕して細粒化(5~20 $\mu$ 程度)し、この細粒化された凝縮ゲルに水を添加して各凝粒間の空隙を水で満たした状態で凍結し、次いで加圧、融解すると、そのまま凍結したものに比較し生成した凝縮の凝粒状粒子は粗大となり濾過、水洗等の後処理が容易となり、実用にあつて極めて効率が向上する。例示すれば、廃水を $\text{pH}$ 7.2に調整して生成した凝縮ゲル( $\text{SiO}_2$ 含有量1.9wt%

- 5 -

- 6 -

%)を、そのまま溶解、融解した後、遠心分離機で分離した場合、その戸過速度は900g/分( SiO<sub>2</sub>含有量、35wt%)であるに対し、同条件で中和し生成した凝縮ゲルを、前述したように、脱水、細粒化した後、水を添加して細粒剤の空隙を水で満たした状態で凍結、融解して生成した凝縮粒子を含む液の戸過速度は2300g/分( SiO<sub>2</sub>含有量43wt%)であつて殆んど戸液抵抗がない状態となり、従つて、不純物除去のための過水洗が極めて容易になり、かつ、脱水率も向上し、SiO<sub>2</sub>含有量42wt%以上のケーキを得ることが出来る。従つて、このケーキを濃度45%程度の市販の苛性ソーダ液に溶解すれば何等分離することなく反応性染料の染色工程における固定液として使用可能な濃厚な凝縮ソーダ液として回収することが出来る。

又、細粒化した凝縮ゲルに水を添加することによりゲルに流動性を与へることとなるため、その移送が容易となり、更に、凍結にあつて凝縮ゲルの氷点を上昇させる効果があり、かつ、無伝導

性が向上するため使用する凍結装置も小型化出来る。

本発明は以上に述べたように構成されているので、従来の方法が凝縮ゲルの状態で洗浄するに、対して、本発明によれば凝縮を膨大な凝縮状態粒子として分離した後、洗浄、精製するものであつて戸過性、脱水率は極めて良好であるため、工業的実施において手間、労力が削減され、高濃度、かつ、高純度の凝縮ソーダ液が殆んど100%近い収率で回収出来る。又、従来の方法が稀薄な凝縮ソーダ液を濃縮法により濃縮するに、対し、本発明は比較的小型の凍結機を使用するのでエネルギーの消費が少ない。

さらに本発明は、従来の、その処理のために多量の経費と労力を必要とした脱水中よりその有害成分である法酸分を回収、再使用するもので、公害防止の見地からも有益な発明である。

以下、実施例を示す。

実施例

試料として下記の廃水を使用した。

- 7 -

- 8 -

SiO<sub>2</sub> ..... 1.8 wt%

Na<sub>2</sub>O ..... 0.9

その他、少量の染料、糊料、界面活性剤を含む薄褐色の反応性染料の染色廃水。

上記廃水(容量55ℓ)200ℓに30wt% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10.8ℓを既拌しつつ約5分間に加えた。この時のpHは1.5であつた。この液に対し試料廃水25ℓを加え液のpHを8.8に調整した。約20分放置後235.9ℓの凝縮ゲルを得た。このゲルをかきとり式過心脱水機(G=2000)で脱水し、約5~20ℓの脱水凝縮ゲルの細粒44.4ℓを得た。この脱水凝縮ゲルの組成は下記の通りであつた。

SiO<sub>2</sub> ..... 9.0 wt%

Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ... 2.6

上記、脱水凝縮ゲルに水25ℓを加え、攪拌機で混合、細粒化させた後、冷却機に投入して、-15℃に冷却して凍結させた後、約40℃に加熱して融解し、次いで遠心脱水機(G=2000)で脱水して、凝縮の凝縮状態粒子のケーキ9.5ℓを

得た。このケーキの組成は下記の通りであつた。

SiO<sub>2</sub> ..... 42.0 wt%

Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ... 0.9

更に2回、水洗(ケーキに対し、約4倍量の水を添加、攪拌)脱水を行つて精製ケーキ9.4ℓを得た。この精製ケーキの組成は下記の通りであつた。

SiO<sub>2</sub> ..... 42.2 wt%

Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ..... 0.0

その他補剤等 ... 0.1

上記精製ケーキ9.0ℓを42.7%NaOH5.6ℓに溶解し、濃厚な凝縮ソーダ液( SiO<sub>2</sub>として26wt%、Na<sub>2</sub>Oとして18wt%を含む)14.6ℓを得た。

上記凝縮ソーダ液を反応性染料の染料染色工程における固定液として使用したか何等支障なく染色出来た。

4図面の簡単な説明

図1は脱水を伴はずにした褐色のSiO<sub>2</sub>凝縮液と液がゲル化する時間との関係を例示する図面、

- 9 -

- 10 -

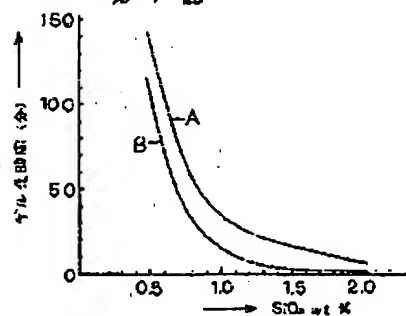
第2図は水のPHとゲル化する時間との関係を示す曲線である。

- A --- 2g/lにおける曲線
- B --- 4g/l
- C --- SiO<sub>2</sub>含有量1.45wt%における曲線
- D --- SiO<sub>2</sub>含有量2.0wt%における曲線

特許出願人 本村化工株式会社  
代理人 弁護士 小泉 静夫

特開55-149121(4)

第1図



第2図

